

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

51

Int. Cl. 2:

**C 08 J 11/04**

19

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

D 01 F 13/04

C 08 L 67/00

**DEUTSCHES**



**PATENTAMT**

**DT 26 07 345 A 1**

11

# **Offenlegungsschrift 26 07 345**

21

Aktenzeichen:

P 26 07 345.0

22

Anmeldetag:

23. 2. 76

43

Offenlegungstag:

4. 11. 76

30

Unionspriorität:

32 33 31

25. 4. 75 USA 571455

54

Bezeichnung:

Verfahren zur Gewinnung von Polyesterpolymerisaten

71

Anmelder:

Monsanto Co., St. Louis, Mo. (V.St.A.)

74

Vertreter:

Berg, W.J., Dipl.-Chem. Dr.rer. nat.; Stapf, O., Dipl.-Ing.;  
Schwabe, H.-G., Dipl.-Ing.;  
Sandmair, K., Dipl.-Chem. Dr.jur. Dr.rer.nat.; Pat.-Anwälte,  
8000 München

72

Erfinder:

Sidebotham, Norman Castor, Gulf Breeze; Young, Clarence Walter;  
Shoemaker, Paul Douglas; Pensacola; Fla. (V.St.A.)

**DT 26 07 345 A 1**

**ORIGINAL INSPECTED**

10.76 609 845/1025

12/90

DR. BERG    DIPL.-ING. STAPP  
DIPL.-ING. SCHWABE    DR. DR. SANDMAIR  
PATENTANWÄLTE  
8 MÜNCHEN 86, POSTFACH 86 02 45

2607345

Anwaltsakte 26 769  
Be/Sch

23. FEB 1976

Monsanto Company  
St. Louis, Missouri / USA

---

"Verfahren zur Gewinnung von Polyesterpolymeri-  
saten"

---

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Rückgewinnung von linearen thermoplastischen Polymerisaten, im besonderen von Polyesterpolymerisaten aus Polyesterfasern, einschließlich Ansammlungen von Polyestergeräten, Filmen, Fasern oder Faserflächengebilden (Stoffen) zur Herstellung neuer Polyesterfasern, Filme oder anderer Produkte.

14-53-0124A GW

-2-

609845/1025

München 80, Mauerkircherstraße 45  
Name: BERGSTAPPATENT München  
24 560 BERG d

Banken: Bayerische Vereinsbank München 453 100  
Hypo-Bank München 389 2623  
Postscheck München 653 43-808

Im besonderen betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Rückgewinnung von linearen Polyesterpolymerisaten durch Auflösen der Fasern, danach Abschrecken der Polyesterlösung, dadurch Ausfällen und Rückgewinnen der linearen Polyesterpolymerisate zur Wiederverwendung.

Es wurden bisher verschiedene Verfahren zur Rückgewinnung thermoplastischer Polymerisate, einschließlich Polyesterpolymerisaten, aus Abfallpolymerisaten beschrieben. Hierzu gehört die Auflösung des Polymerisats in verschiedenen Lösungsmitteln, einschließlich Naphthalin, danach Ausfällung und Rückgewinnung des Polymerisats. Typische derartige Verfahren sind in der U.S.-Patentschrift 2 762 788 beschrieben, wobei deren Ziel ist, den Polymerisatabbau zu vermeiden und/oder von dem verwendbaren Polymerisat das abgebaute Polymerisat und/oder Monomeren und Oligomeren als Verunreinigungen abzutrennen. Diese Verfahren waren langsam und teuer und nur für die Laboratoriumsverwendung geeignet.

Es ergibt sich daraus, daß ein zufriedenstellendes, schnelles und wirksames Verfahren zur Rückgewinnung von Polyesterpolymerisaten aus Polyesterpolymerisatfasern oder Stoffen einen bedeutenden Fortschritt darstellen würde. Es könnte dadurch wesentlich der Rohmaterialbedarf für den Weltfasermarkt wesentlich verringert werden.

Die vorliegende Erfindung betrifft demgemäß ein vollständig neuartiges Verfahren zur Polymerisatrückgewinnung.

Zusammengefaßt beinhaltet die Erfindung ein Verfahren zur Rückgewinnung von linearen Polyesterpolymerisaten aus Polyesterfasern oder Stoffen, wozu man

- (1) Polyesterfasern in einem nichtentpolymerisierenden AuflösungsLösungsmittel für den Polyester, das carbocyclische Ringe in der Strukturformel des Lösungsmittel-basismaterials aufweist, unter Bildung einer Lösung löst;
- (2) danach den Polyester durch Abschrecken der Lösung ausfällt und
- (3) den ausgefällten Polyester von dem AuflösungsLösungsmittel (und Abschreckmedium, soweit verwendet) abtrennt.

Es ist ein Vorteil dieser Erfindung, daß bevorzugte Lösungsmittelsysteme in wirksamer Weise und schnell für das Wiedergewinnungsverfahren verwendet werden und daß die Entfernung des Lösungsmittels von dem wiedergewonnenen Polymerisat wesentlich vereinfacht ist.

Die begleitende Zeichnung zeigt schematisch als Fließdiagramm eine typische Anordnung nach der vorliegenden Erfindung.

Es wurde festgestellt, daß Polyester in wirksamer Weise dadurch wiedergewonnen werden können, daß man eine Lösung des Polyesters mit einem nichtentpolymerisierenden AuflösungsLösungsmittel für den Polyester, das dadurch gekenn-

zeichnet ist, daß es carbocyclische Ringe, vorzugsweise 1 bis 3 carbocyclische Ringe, in der Strukturformel des Lösungsmittelbasismaterials enthält, abschreckt. Die Lösungsmittelauswahl muß nach dieser Erfindung zwei Forderungen erfüllen. Die erste Forderung besteht darin, daß der Polyester nicht wesentlich entpolymerisiert wird und die zweite, daß der Polyester schnell und wirksam aus der Lösung durch Abschrecken wiedergewonnen werden kann. Lösungsmittel mit 1 bis 3 cyclischen Kernen sind dafür bekannt, daß sie Polyester, einschließlich Polyäthylenterephthalat, lösen, aber es war bisher nicht bekannt, daß solche Lösungsmittel Polyester schnell und in verwendbarer Form freisetzen, wenn sie einer Abschreckwirkung unterworfen werden. Beispiele für Verbindungen, die diese Eigenschaft aufweisen, sind Diphenyl, Diphenyläther, Naphthalin, Methylnaphthalin, Benzophenon, Diphenylmethan, Acenaphthen, Phenanthren, para-Dichlorbenzol und dergleichen. Substituierte Naphthaline und Biphenyle gehören im besonderen zu dieser Gruppe. Die meisten Lösungsmittel dieser Art und ihre Gemische lösen Polyäthylenterephthalat beispielsweise bei Temperaturen von etwa 160 bis 240°C in einer Menge von etwa 10 bis 40% Polymerisat in Lösung. Wenn diese Lösungen allmählich auf etwa 100°C gekühlt werden, wird ein Polykondensat als amorphes Gel oder Paste ausgefällt. Wenn jedoch andererseits diese Polymerisatlösungen dem Schockabschrecken unterworfen werden, wird ein festes weißes Pulver oder eine Ausflockung gebildet.

Unter einem "nichtentpolymerisierenden Auflösungs-  
mittel für den Polyester" ist irgendein Lösungsmittel zu  
verstehen, das die Auflösung und schnelle Ausfällung von  
Polyestern mit hohem Molekulargewicht (über 10 000 bis  
20 000 Zahlenmittelwert des Molekulargewichts) ohne Verlust  
von mehr als etwa 15% des Molekulargewichts ermöglichen.

Während es auch andere Lösungsmittel gibt, die den Polyester  
nicht entpolymerisieren, wurde festgestellt, daß solche Lö-  
sungsmittel, die carbocyclische Ringe, vorzugsweise 1 bis 3  
carbocyclische Ringe, enthalten, besonders wirksam sind, um  
eine brauchbare Ausfällung schnell zu erreichen. Naphthalin  
hat sich für die Durchführung dieser Erfindung als besonders  
geeignet erwiesen, weil die Löslichkeit des Polyesters in  
Naphthalin eine genaue Funktion der Temperatur ist und zwar  
von einer Löslichkeit von 0 bei 170°C bis zu 55% Polyester-  
löslichkeit bei 218°C (dem Siedepunkt des Naphthalins) reicht

Der Polyester, in Form von Stoffen oder Stoffansammlungen,  
wird mit ausreichend Lösungsmittel unter Auflösungsbedin-  
gungen für die Polyesterfasern in Kontakt gebracht. Zu Appa-  
raturen oder Vorrichtungen, die für die Faserauflösung ver-  
wendet werden können, gehören Kessel oder Bottiche mit und  
ohne Rührwerk, die oben offen oder abgedeckt oder verschlos-  
sen für Druck oder Vakuum geeignet, sein können; Waschma-  
schinen des Trommeltyps; Zentrifugenfilter mit oder ohne  
Vorrichtungen für Lösungsmittelspülen oder kontinuierliches



oder diskontinuierliches Entfernen von ungelösten Stoffverunreinigungen; mit kontinuierlichen oder diskontinuierlichen sich bewegenden Förderbändern, die durch die Lösungsmittelkontaktzonen laufen; mit Schneckenfördervorrichtungen und Lösungsmittelsprühvorrichtungen. Natürlich werden atmosphärische Bedingungen bevorzugt. Wärme und Rühren werden normalerweise erforderlich sein.

Wenn die Polyesterfasern gelöst sind kann die Lösung, wenn gewünscht, filtriert werden, um ungelöste Verunreinigungen zu entfernen.

Das Abschrecken durch Zugabe wird dadurch erreicht, daß man die Lösung einem Abschreckmedium, vorzugsweise in Form einer Flüssigkeit unterwirft, die vorzugsweise ein Lösungsmittel für das primäre Auflösungsmedium ist. Beispielsweise kann eine Naphthalinlösung mit Dimethylformamidschock abgeschreckt werden, wobei dieses Verfahren den Vorteil hat, daß das Abschrecklösungsmittel die Temperatur des Naphthalins auf eine Temperatur senken kann, wo es sich normalerweise verfestigen würde, wobei das Abschrecklösungsmittel das Naphthalin in flüssiger Phase hält. Zu anderen geeigneten Abschreckmedien, die Lösungsmittel für Naphthalin sind, gehören Aceton, Dichlormethan, 1.1.1-Trichloräthan, 1.4-Dichlorbenzol, Benzol, 2-Butanon, Dichlormethan, Dimethylacetamid, Äthanol, Methanol, Tetrachlormethan, Toluol, Trichlormethan, Xylol und geschmolzenes 1.4-Dichlorbenzol.

Natürlich wird im Falle von Naphthalin der Polyester aus der Lösung bei höheren Temperaturen ausfallen als die, bei denen das Naphthalin sich verfestigt und es kann demgemäß das Abschrecken mit einem Nichtlösungsmittel für Naphthalin vorgenommen werden. Wasser wurde beispielsweise erfolgreich als Abschreckmaterial für die Polyesterlösung verwendet. Natürlich dürfen das Auflösungs- und das Abschreckmedium in explosiver oder sonst gefährlicher Weise nicht miteinander reagieren.

Das Abschrecken kann erreicht werden, während man eine Polymerisatlösung durch ein Abschreckmedium in Fäden mit oder ohne nachfolgendes oder gleichzeitiges Verstrecken ver-spinnt. Wenn das Abschreckmedium eine Flüssigkeit ist, sollte das Lösungsmittel aus der Faser während dem Faserbildungsverfahren entfernt werden. Wenn Fasern extrudiert werden in ein gasförmiges Abschreckmedium, das gegenüber dem Polyester inert ist, wie beispielsweise Luft, Stickstoff, Kohlendioxid, Dampf oder deren Gemische, und das eine Temperatur aufweist, die nieder genug ist, um die Ausfällung oder Koagulation des Polymerisats zu bewirken, kann das in dem Polymerisat enthaltene Lösungsmittel danach durch Extraktion mit einem geeigneten Lösungsmittel für das Lösungsmittel, das jedoch kein Lösungsmittel für den Polyester ist, entfernt werden. Zu geeigneten Extraktionslösungsmitteln gehören die hier beschriebenen flüssigen Abschreckmedien. Ein Lösungsver-spinnungsverfahren, bei dem die Polyesterlösung in Fäden

versponnen und die Fäden durch ein flüssiges Koagulationsbad geleitet werden, das die voraus bezeichneten flüssigen Abschreckmedien enthält, ist besonders wünschenswert. In solchen Verfahren kann das flüssige Abschreckmedium die gleichzeitige Ausfällung des Polyesters aus der Lösung, die Abtrennung des primären Lösungsmittels und irgendwelcher Farbstoffe von dem Polyester und die Koagulation der Polyesterlösungsströme in Fasern bewirken.

Unter Bezugnahme auf die Zeichnung zeigt die Figur in einem Fließdiagramm eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung. Ein Polyesterabfallstoff 1, der Farbstoffe, Veredelungsmaterialien, Stricköle, usw. und der Verunreinigungen in Form anderer Fasern, einschließlich Baumwolle, Rayon, Wolle, Nylon, Acrylen und dergleichen, Papierschnitzel oder Draht enthalten kann, dient als Beschickung. Der Abfallstoff wird in eine Wasch-Lösungsvorrichtung 2 gegeben, die eine Drehtrockenschleudervorrichtung, vorzugsweise mit einem Drahtsieb zur Abdeckung über einer rotierbaren Trommel, um zu vermeiden, daß festes Material mit den Flüssigkeiten abgepumpt wird, ist, wobei die Maschine einer herkömmlichen Waschmaschine ähnlich oder mit dieser identisch ist. Im Kreislauf geführtes Naphthalin mit einer Temperatur von etwa 165°C wird von einer Flashvorrichtung für Abschrecklösungsmittel 11 in die Wasch-Lösungsvorrichtung 2 gepumpt. Unter Rühren wird mehr als die Hälfte der Farbe, Stricköls, des Veredelungsmaterials, usw. entfernt und vorhandene

Feuchtigkeit in dem Polyester verdampft. Die Abfallstoffbeschickung wird geschleudert und das erschöpfte Naphthalin über die Flashvorrichtung 3 im Kreislauf geführt, um farbfreies Naphthalin zur Wiederverwendung in der Auflösungsstufe zur Verfügung zu haben. Farbrückstände, permanente Pressharze, usw. werden verworfen. Das relativ farbfreie Naphthalin wird bei einer Temperatur von etwa 190 bis 210°C in die Wasch-Lösungsvorrichtung 2 im Kreislauf geführt, wodurch eine sofortige Lösung des Polyesters bewirkt wird. Die Lösung des Polyesters in dem heißen Naphthalin wird aus der Wasch-Lösungsvorrichtung 2 über ein in die Leitung eingebautes Filter 4 gepumpt, danach in einer Zweiflüssigkeitsdüse 5 mit dem Abschreckmedium gemischt, das Dimethylformamid (DMF) ist und als Niederschlag in den Aufschlammbehälter 6 getropft. Es kann aber auch die Zweiflüssigkeitsdüse 5 weggelassen werden und das Abschreckmedium unmittelbar in den Aufschlammbehälter 6 eingepumpt werden, während man die heiße Lösung des Polyesters in Naphthalin in den Aufschlammbehälter 6 einsprüht.

Der Wasch-Lösungsbehälter 2 enthält zu diesem Zeitpunkt nur festes Material, das nicht in Lösung gebracht wurde. Dazu können Papier, Metallspäne bzw.-teile, Baumwoll-, Rayon-, Woll-, Nylon- oder Acrylfasern gehören, die in dem Abfallstoff vorhanden sind. Dieses Material entfernt man, bevor man weiteres Material in die Wasch-Lösungsvorrichtung 2 einführt.

Die Niedertemperatur-DMF-einspritzung bei der Zweiflüssigkeitsdüse 5 bewirkt eine Schock-Abschreckwirkung und es wird dadurch fein verteiltes Polyesterpulver ausgefällt, das eine Suspension in der Lösung von DMF und Naphthalin bildet. Etwas Farbrückstände werden ebenso in der Lösung gelöst.

Die Polyesteraufschlammung wird dann einem diskontinuierlich arbeitenden Zentrifugenfilter 7 zugeführt, in dem während dem ersten Zentrifugenzyklus ein Polyesterfilterkuchen gebildet wird. Die Aufschlammbeschickung wird dann unterbrochen und der Filterkuchen mit Dichlormethan besprüht, um DMF, Naphthalin und irgendwelche Farbrückstände zu entfernen. Der weiße Filterkuchen wird dann in eine Trockentrommel 8 gegeben, wo er unter milden Wärmebedingungen (etwa 40°C) unter Bildung eines krümelähnlichen Polyestermaterials getrocknet wird. Die grundmolare Viskosität des Polyesterkrümelprodukts entspricht der grundmolaren Viskosität der normalen Polyesterverspinnungsbeschickung. In der Trockentrommel ist kein Wasser oder keine Luft vorhanden, wobei die Verdampfung des Dichlormethans eine eigene kontinuierliche inerte Gasspülung bewirkt. Unter solchen Bedingungen kann dann das Material unmittelbar von der Trockentrommel 8 über ein Entlastungsventil einer Extrudiervorrichtung (nicht gezeigt) zugeführt und danach in Fäden versponnen werden.

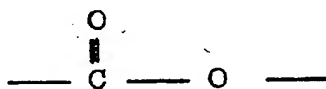
Neben der Flashvorrichtung zur Farbentfernung 3 können

Rückgewinnungssysteme für Naphthalin, Abschrecklösungsmittel und Spüllösungsmittel als integrale Bestandteile vorgesehen werden, obgleich dies für diese Erfindung nicht wesentlich ist. Enthalten in dem Beschickungsmaterial zur Zentrifuge 7 ist das Naphthalinpolyester-Auflösungslösungsmittel, das DMF-Abschreckmedium und das Dichlormethan-Spüllösungsmittel. Diese Kombination von Lösungsmitteln wird von der Zentrifuge 7 zu einer Flashvorrichtung für das Spüllösungsmittel 9 geführt, wo Dichlormethan bei etwa 40°C verdampft und dem Behälter für Spüllösungsmittel 10 zur Wiederverwendung zugeführt wird. Die DMF/Naphthalin/rückständige Farbe enthaltende Lösung wird von der Flashvorrichtung für Spüllösungsmittel 9 zu der Flashvorrichtung für Abschrecklösungsmittel 11 geführt, wo das DMF bei etwa 153°C verdampft wird, um es zum Abschrecken der Polyester/-Naphthalinlösung wiederzuverwenden. Der Rückstand aus der Flashvorrichtung für das Abschrecklösungsmittel 11 wird der Wasch-Lösungsvorrichtung 2 zur Verwendung in der vorausgehenden Farbentfernungsstufe wieder zugeführt. Die Wasch-Lösungsvorrichtung 2 und der Behälter für Spüllösungsmittel 10 sind mit Kondensatoren 12 bzw. 13 ausgestattet, um Überkopfverluste zurückzugewinnen.

Ein Polyester wird definiert als synthetisches lineares Polymerisat des Kondensationstyps, dessen wiederkehrende Einheiten die Estergruppe



enthalten, wobei diese Gruppen die integralen Glieder der linearen Polymerisatkette bilden. Polyester, die zur Durchführung dieser Erfindung geeignet sind, können solche sein, die von aromatischen Dicarbonsäuren, wie Terephthalsäure und Isophthalsäure, und Glykolen, wie Äthylenglykol, Cyclohexandimethanol und 1.4-Butandiol abstammen. Polyäthylenterephthalat wird bei der Durchführung dieser Erfindung bevorzugt. Zu Polyestern, wie sie hier verwendet werden, gehören Mischpolymerisate, die wiederkehrende Einheiten von zwei oder mehr unterschiedlichen Arten enthalten, wie Copolyesteramid, vorausgesetzt daß wenigstens 2/3 der wiederkehrenden Einheiten die oben definierten Esterbindungen



aufweist. Zu typischen Beispielen gehören Poly-(äthylenterephthalat), Poly-(trimethylenterephthalat), Poly-(tetramethylenterephthalat), Poly-(äthylenisophthalat), Poly-(octamethylenterephthalat), Poly-(decamethylenterephthalat), Poly-(pentamethylenisophthalat), Poly-(tetramethylenisophthalat), Poly-(hexamethylenisophthalat), Poly-(hexamethylenadipat), Poly-(pentamethylenadipat), Poly-(pentamethylensebacat), Poly-(hexamethylensebacat), Poly-(1.4-cyclohexylenadipat), Poly-(1.4-cyclohexylensebacat), Poly-(äthylenterephthalat-co-sebacat) und Poly-(äthylenco-tetramethylen-

terephthalat).

Soweit nicht anders angegeben, dient die Bezeichnung "Polyesterfaser", wie sie hier verwendet wird, der Beschreibung des Ausgangsmaterials, das der Auflösung und Rückgewinnung nach dieser Erfindung unterworfen wird, wozu Fasern, Fäden, Einzelfäden, Bänder, Röhren, Filme und andere lineare Formen, sowie andere extrudierte oder geformte lineare Polyesterpolymerisate, wie Abfallklumpen von Spinnmaschinen, Polyesterflocken, geschmolzene Gegenstände wie Flaschen, Zahnräder oder andere feste Gegenstände (die unmittelbar verarbeitet werden können oder vor der Verarbeitung in Pellets oder Pulverform überführt werden können. Es gehören hierzu Garne, Fäden, Stoffe und andere Produkte, in die diese Formen überführt werden können, sowie die üblichen Verunreinigungen, die bei solchen Produkten, ob sie neu oder alt sind, auftreten.

Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung.

#### Beispiel 1

Um die Wirkung von Lösungsmitteln des Naphthalintyps auf das Molekulargewicht aufzuzeigen, löst man eine Stoffprobe aus Polyäthylenterephthalat mit einer 10%igen Polymerisationskonzentration in Naphthalin bei 210°C. Man hält die Lösung bei 110°C 2 Stunden unter Vakuum und erhält ein feines weißes Polyäthylenterephthalatpulver. Den Naphthalinrückstand spült man mit 1.1.1-Trichloräthan aus. Die grund-



molare Viskosität des wiedergewonnenen Pulvers vergleicht man mit der grundmolaren Viskosität der Ausgangsprobe, wobei die Ergebnisse in der nachfolgenden Tabelle I angegeben sind:

Tabelle I

<u>Grundmolare Viskosität der Ausgangsprobe</u>	<u>Grundmolare Viskosität des wiedergewonnenen Pulvers</u>
0,6031	0,6045
0,6145	0,6074

Beispiel 2

Man löst eine braune, im Handel erhältliche doppelgestrickte Polyester-(polyäthylenterephthalat)-Stoffprobe zu einer 10%igen Polymerisationskonzentration in Naphthalin und gießt die Lösung (heiß) in einen Überschuß von Dimethylformamid bei 140°C, wodurch man eine verdünnte Aufschlämmung des weißen Polyesters in einer gefärbten Lösung erhält. Man läßt die Aufschlämmung abkühlen und filtriert danach. Die Feststoffe spült man zweimal mit Dimethylformamid und dann mit Wasser. Nach Trocknen haben die körnigen Feststoffe eine weißliche Farbe. Die Wärme des Dimethylformamids in diesem Beispiel wirkt offensichtlich der Abschreckwirkung entgegen.

Beispiel 3

Man gießt die gleiche heiße Polyesternaphthalinlösung in einen Überschuß von Dimethylformamid bei Raumtemperatur,

filtriert dann und spült mit Dimethylformamid und Wasser. Nach Trocknen erhält man einen weißen pulverförmigen Feststoff.

#### Beispiel 4

Man erhält aus einer 20%igen Lösung des linearen Polyesters in Phenanthren bei 210°C nach Abschrecken in Aceton ein weißes flockenförmiges Produkt mit einem Schmelzpunkt bei 250°C und einer grundmolaren Viskosität von 0,5153.

#### Beispiel 5

Man erhält aus einer 20%igen Lösung des linearen Polyesters in Acenaphthen nach Abschrecken in Aceton ein cremefarbiges flockenförmiges Produkt mit einem Schmelzpunkt bei 254°C und einer grundmolaren Viskosität von 0,5418. Die Cremefarbe ist wahrscheinlich der braunen Farbe des Acenaphthens vor dem Erhitzen zur Schmelze zuzuschreiben.

#### Beispiel 6

Zur Erläuterung der Bedeutung des Abschreckens im Gegensatz zu einem langsamen Ausfällen im Hinblick auf die Qualität des Produkts löst man im Handel aufgekaufte gefärbte Polyesterlumpen mit einer 17,25%igen Polymerisationskonzentration in Naphthalin. Die Hälfte dieser Lösung gießt man bei 200°C unmittelbar in Aceton. Die andere Hälfte kühlt man langsam auf Raumtemperatur ab. Das langsam gekühlte Material liefert ein blaßblaues Pulver mit einer grundmolaren

Viskosität von 0,52 bis 0,54. Das abgeschreckte Produkt ist ein flockenförmiges weißes Produkt mit einer grundmolaren Viskosität von 0,52 bis 0,53. Offensichtlich schließt das langsame Kühlen Farbstoffe in den Polyesterpulverpartikeln ein.

Wie vorausgehend festgestellt, ist Polyäthylenterephthalat das bevorzugte Polymerisat. Es können jedoch auch Mischpolymerisate, sowie andere lineare und quasi-lineare Polymerisate, wie nachfolgend ausgeführt, bearbeitet werden.

#### Beispiel 7

Eine braune, im Handel erhältliche doppelt gestrickte Poly-(cyclohexandimethanoltterephthalat)-Probe löst man mit einer 10%igen Polymerisatkonzentration in Naphthalin und gießt die Lösung heiß in einen Überschuß von Dimethylformamid bei Raumtemperatur, filtriert dann und spült mit Dimethylformamid und Wasser. Nach Trocknen erhält man einen pulverförmigen weißen Feststoff.

#### Beispiel 8

Eine 10%ige Probe von Poly-(butylenterephthalat) in Naphthalin bei 210°C gießt man unmittelbar in Aceton bei Raumtemperatur. Den Polyester gewinnt man als Pulver mit einem Schmelzpunkt von 225°C und einer grundmolaren Viskosität von 1,0660.

Zusammenfassend beinhaltet die vorliegende Erfindung ein Verfahren, bei dem man Polyesterfasern löst und festes lineares Polyesterpolymerisat zurückgewinnt, um es zur Herstellung neuer linearer Polyesterprodukte, im besonderen zur Herstellung von Polyesterfasern oder -fäden zu verwenden, wozu man die Fasern in einem nichtentpolymerisierenden AuflösungsLösungsmittel für den Polyester, das carbocyclische Ringe in seiner Strukturformel aufweist, unter Auflösungsbedingungen für das Polyesterpolymerisat löst, danach die Polyesterlösung abschreckt und den festen Polyester aus der Lösung abtrennt.

-Patentansprüche-

-18-

609845/1025

## P a t e n t a n s p r ü c h e /

1. Verfahren zur Wiedergewinnung von festem linearem Polyesterpolymerisat aus Polyesterfasern, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man
- (a) die Polyesterfasern in einem nichtdepolymerisierenden Lösungsmittel für den Polyester so löst, daß eine Lösung gebildet wird,
  - (b) die Lösung unter solchen Bedingungen abschreckt, daß das Polyesterpolymerisat ausfällt, wobei das Lösungsmittel in der flüssigen Phase verbleibt und
  - (c) das ausgefällte Polyesterpolymerisat aus dem nichtdepolymerisierenden Lösungsmittel abtrennt.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das nichtdepolymerisierende Lösungsmittel wenigstens einen carbocyclischen Ring in seiner Strukturformel aufweist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmittel Diphenyl, Diphenyläther, Naphthalin, Methylnaphthalin, Benzophenon, Diphenylmethan, Acenaphthen, Phenanthren, para-Dichlorbenzol, substituiertes Naphthalin und/oder substituiertes Diphenyl verwendet.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man das Abschrecken durch  
Verspinnen der Polyesterpolymerisatlösung in einem Ab-  
schreckmedium zu Fäden durchführt.

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium ein  
Gas verwendet.

6. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium eine  
Flüssigkeit verwendet.

7. Verfahren gemäß Anspruch 1, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Lösungsmittel Naph-  
thalin verwendet.

8. Verfahren zur Rückgewinnung von festem linearem Poly-  
esterpolymerisat aus Polyesterfasern, d a d u r c h  
g e k e n n z e i c h n e t , daß man

(a) die Polyesterfasern in einem nichtdepolymerisieren-  
den Lösungsmittel für den Polyester so löst, daß eine  
Lösung gebildet wird,

(b) die Lösung mit einem flüssigen Abschreckmedium unter  
solchen Bedingungen abschreckt, daß der Polyester zur  
Ausfällung veranlaßt wird und das Lösungsmittel und  
Abschreckmedium in der flüssigen Phase verbleibt und

(c) das ausgefällte Polyesterpolymerisat von dem Lösungsmittel und Abschreckmedium abtrennt.

9. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Lösungsmittel für den  
Polyester wenigstens einen carbocyclischen Ring in seiner  
Strukturformel aufweist.

10. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Lösungsmittel für den  
Polyester 2 bis 3 carbocyclische Ringe in seiner Struktur-  
formel aufweist.

11. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Lösungsmittel für den  
Polyester Diphenyl, Diphenyläther, Naphthalin, Methylnaph-  
thalin, Benzophenon, Diphenylmethan, Acenaphthalin, Phen-  
anthren, para-Dichlorbenzol, substituiertes Naphthalin  
und/oder substituiertes Diphenyl ist.

12. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Lösungsmittel für den  
Polyester Naphthalin ist.

13. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Abschreckmedium ein Lö-  
sungsmittel für das nichtdepolymerisierende Lösungsmittel  
für den Polyester ist.

609845/1025

-21-

14. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Abschreckmedium ein  
Nichtlösungsmittel für das nichtdepolymerisierende Lö-  
sungsmittel für den Polyester ist.

15. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium  
Wasser, Dichlormethan, Dimethylformamid, 1.1.1-Trichlor-  
äthan, Naphthalin, Aceton, Benzol, 2-Butanon, Dichlormethan,  
Dimethylacetamid, Äthanol, Methanol, Tetrachlormethan,  
Toluol, 1.1.1-Trichloräthan, Trichlormethan, Xylol und/oder  
geschmolzenes 1.4-Dichlorbenzol verwendet.

16. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium  
Dimethylformamid verwendet.

17. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium  
Wasser verwendet.

18. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß man als Abschreckmedium  
Aceton verwendet.

19. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das nichtdepolymerisieren-



de Lösungsmittel für den Polyester und das Abschreckmedium das gleiche ist.

20. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß der Polyester Polyäthylen-  
terephthalat ist.

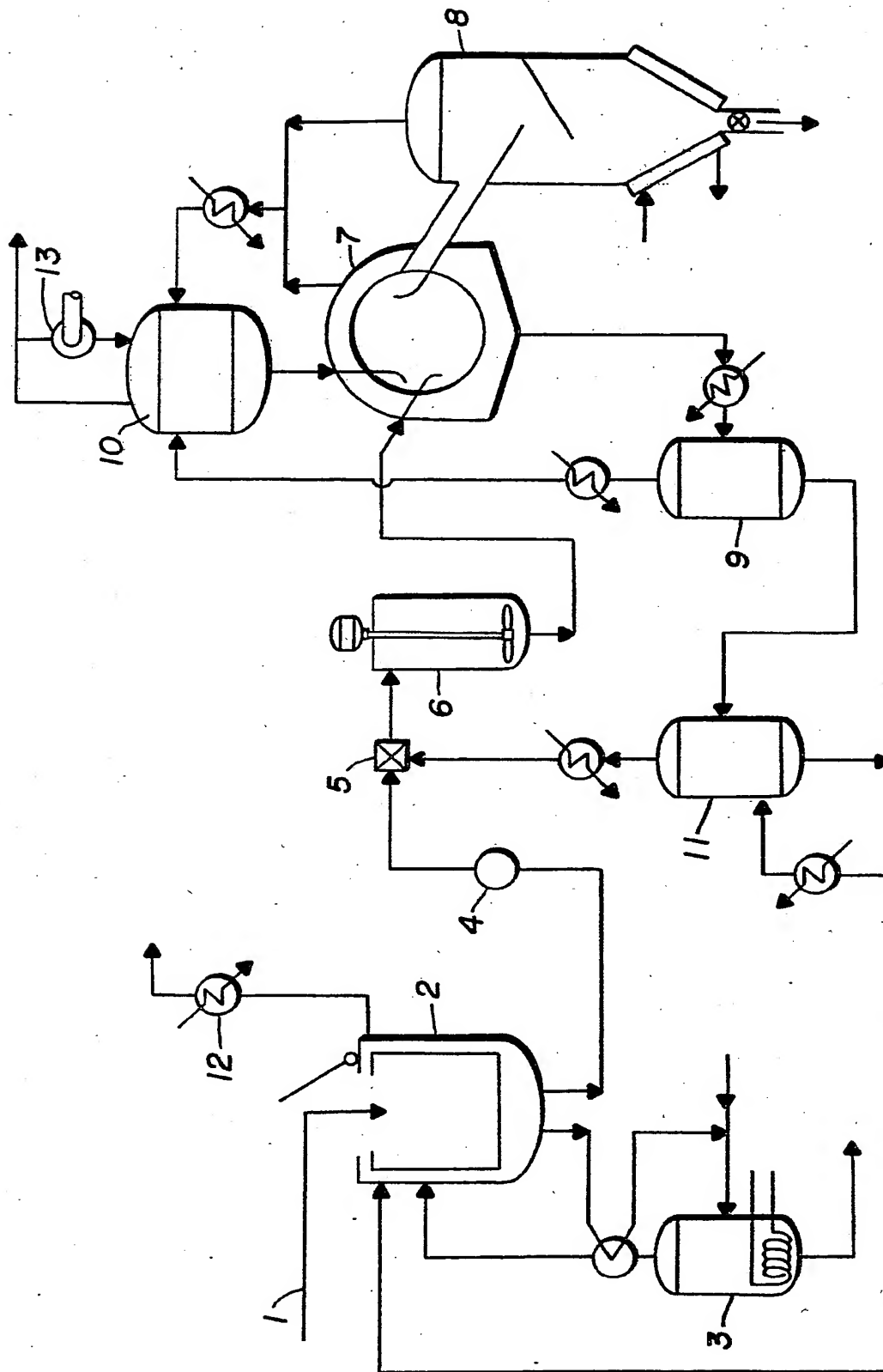
21. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß die Lösung 10 bis 40% Poly-  
esterpolymerisat enthält.

22. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß der Polyester Poly-(cyclo-  
hexandimethanolterephthalat) ist.

23. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß der Polyester Poly-(buty-  
lenterephthalat) ist.

24. Verfahren gemäß Anspruch 8, d a d u r c h g e -  
k e n n z e i c h n e t , daß das Abschrecken in der Weiseä  
erfolgt, daß man das Polyesterpolymerisat durch das Ab-  
schreckmedium in Fäden verspinnt.

609845/1025



609845/1025

C08J

11-04

AT:23.02.1976

OT:04.11.1976

ORIGINAL INSPECTED